

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA GEL DARI LIMBAH KACA TERMODIFIKASI ASAM STEARAT

Robi Maulana Saputra DS^{1*}, RudiYansyah¹, Nelly Wahyuni¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura, Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi,
*email: robi.msds@yahoo.co.id

ABSTRAK

Sintesis silika gel telah dilakukan dari limbah kaca dengan menggunakan metode sol gel melalui pembentukan natrium silikat. Silika gel sintetik dimodifikasi dengan asam stearat (perbandingan 20:1 (b/b)) dalam 50 mL toluena berdasarkan reaksi esterifikasi selama 3 jam dengan 0,05 mL asam sulfat pekat sebagai katalis. Variabel yang dikaji pada penelitian ini adalah suhu reaksi modifikasi pada 60°C, 70°C dan 80°C. Hasil analisis dengan menggunakan XRD dan XRF menunjukkan bahwa silika gel sintetik bersifat amorf dengan kandungan utama berupa senyawa SiO₂ sebesar 74,98%. Silika gel sintetik juga memiliki kadar loss of ignition sebesar 21,24% dengan beberapa logam oksida pengotor seperti Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO, Na₂O dan K₂O. Hasil analisis dengan spektrofotometer IR menunjukkan silika gel sintetik memiliki pita serapan pada bilangan gelombang 3464,15 cm⁻¹, 1635,64 cm⁻¹, 1095,57 cm⁻¹, 964,41 cm⁻¹, 794,67 cm⁻¹ dan 462,92 cm⁻¹ yang merupakan pita serapan khas silika gel. Proses optimum modifikasi silika gel terjadi pada suhu reaksi 60°C yang ditandai dengan berkurangnya intensitas pita serapan –OH pada bilangan gelombang 1635,64 cm⁻¹ dan munculnya pita serapan baru –CH pada bilangan gelombang 2924,09 cm⁻¹ dan 2854,65 cm⁻¹.

Kata kunci: asam stearat, esterifikasi, limbah kaca, silika gel

PENDAHULUAN

Limbah kaca merupakan salah satu limbah anorganik yang terdapat melimpah dengan jumlah mencapai 0,7 juta ton di Indonesia per tahun dan sebagian besar berasal dari botol, peralatan dapur dan bahan bangunan (Ministry of Environment, 2008). Oleh karena sifatnya yang tidak dapat terdekomposisi oleh mikroorganisme di alam, maka beberapa peneliti telah memanfaatkan limbah kaca sebagai bahan baku pembuatan resin penukar ion (Coleman *et al.*, 2013), bahan campuran beton (Ali and Al-Tersawy, 2012), bahan campuran aspal (Arabani, 2011) maupun sebagai media filtrasi air (Korkosz *et al.*, 2012).

Senyawa utama yang terkandung dalam limbah kaca adalah silikon dioksida (SiO₂) dengan kadar lebih dari 70% dari total campuran senyawanya (Coleman *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2009). Tingginya kandungan SiO₂ dalam limbah kaca dapat dimanfaatkan dan diolah menjadi silika gel melalui pembentukan natrium silikat yang dihasilkan dari reaksi antara SiO₂ di dalam limbah kaca dengan natrium hidroksida (Mori, 2003). Larutan natrium silikat yang dihasilkan dapat direaksikan dengan suatu asam hingga membentuk asam silikat yang akan terpolimerisasi menjadi silika gel (Affandi *et al.*, 2009; Burns *et al.*, 2006).

Silika gel merupakan gel kaku yang terdiri dari unit SiO₄ tetrahedral, dimana empat atom oksigen berada di sudut tetrahedral dengan ion

silikon berada di pusat tetrahedral. Pada silika gel yang bersifat amorf, struktur silika gel ditentukan oleh penyusunan acak unit [SiO₄]⁴⁻ yang menghasilkan kerangka yang tidak beraturan (Hessien *et al.*, 2009). Silika gel banyak digunakan sebagai adsorben logam berat (Najafi *et al.*, 2012), desikan (Yao *et al.*, 2009), penyangga katalis (Liu *et al.*, 2011), serta digunakan untuk pemisahan senyawa organik pada kromatografi kolom (Tungkananurak *et al.*, 2007).

Silika gel dapat dimanfaatkan sebagai fase diam pada kromatografi kolom fase normal maupun kromatografi kolom fase terbalik. Pemanfaatan silika gel pada kromatografi kolom fase terbalik dilakukan dengan memodifikasi permukaan silika gel dengan senyawa organik sehingga mengubah kepolaran silika gel. Senyawa organik yang umum digunakan untuk modifikasi permukaan silika gel adalah *n*-oktadesiltri-klorosilan yang memiliki 18 atom karbon (Burns *et al.*, 2006). Tingginya nilai *n*-oktadesiltri-klorosilan menyebabkan perlunya mencari senyawa alternatif dalam memodifikasi permukaan silika gel.

Beberapa peneliti telah memodifikasi permukaan silika gel menggunakan senyawa organik rantai panjang. Belyakova and Varvarin (1999) telah memodifikasi permukaan silika gel dengan olefin (C₆-C₁₈). Mohammad and Khattoon (2009) menggunakan minyak parafin untuk mengimpregnasi permukaan silika gel. Senyawa

organik rantai panjang lain yaitu heksadekanol (C_{16}) juga digunakan untuk memodifikasi permukaan silika gel (An *et al.*, 2010). Berdasarkan literatur tersebut, maka asam stearat yang memiliki rantai hidrokarbon (C_{18}) juga dapat digunakan untuk memodifikasi permukaan silika gel.

Silika gel yang digunakan pada penelitian ini disintesis dari limbah kaca melalui pembentukan larutan natrium silikat dengan penambahan natrium hidroksida. Silika gel sintetis kemudian dimodifikasi dengan asam stearat berdasarkan reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam sulfat pekat dengan variasi suhu reaksi. Suhu reaksi optimum selanjutnya ditentukan melalui analisis menggunakan spektrofotometer inframerah.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, ayakan 100 mesh, *hot plate*, neraca analitik, oven, spektrofotometer inframerah (IR) Shimadzu, tanur, *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical dan *X-Ray Fluorescence* (XRF) Thermo Scientific ARL Perform'X.

Bahan

Limbah kaca yang digunakan berasal dari Tempat Pembuangan Akhir Kelurahan Batulayang, Kecamatan Pontianak Utara, Kota Pontianak. Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah asam klorida, asam stearat, kloroform, natrium hidroksida, silika gel standar produksi Merck dan toluena.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Limbah kaca yang digunakan terlebih dahulu dibersihkan dan dikeringkan kemudian didestruksi hingga menjadi halus dan diayak dengan saringan 80-100 mesh. Sebanyak 100 gram serbuk kaca halus ditambahkan 300 mL NaOH 3 M lalu diaduk dan dipanaskan hingga sebagian besar air menguap. Campuran kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 400°C selama 4 jam. Padatan natrium silikat yang dihasilkan kemudian ditambahkan H_2O sebanyak 500 mL dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama kurang lebih 3 jam pada suhu 100°C lalu disaring sehingga diperoleh filtrat berupa larutan natrium silikat (Safitri, 2012).

Pembuatan Silika Gel

Larutan HCl 3 M diteteskan ke dalam 100 mL larutan natrium silikat sambil diaduk hingga diperoleh gel (hidrogel). Hidrogel kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 80°C selama 18 jam hingga terbentuk silika kering (xerogel). Silika xerogel digerus dan dicuci dengan H_2O hingga bersifat netral. Serbuk xerogel dikeringkan kembali di dalam oven pada suhu 80°C hingga terbentuk silika xerogel (Safitri, 2012).

Modifikasi Silika Gel Sintetik dengan Asam Stearat

Asam stearat ditimbang sebanyak 0,25 gram dan dilarutkan dalam 50 mL toluena. Ke dalam larutan asam stearat ditambahkan satu tetes asam sulfat pekat sebagai katalis. Ke dalam campuran asam stearat tersebut kemudian ditambahkan 5 gram silika gel sintetis dari limbah kaca. Campuran direfluks selama 3 jam dengan variasi suhu 60°C , 70°C dan 80°C . Silika gel sintetis termodifikasi asam stearat kemudian disaring dan dicuci berturut-turut menggunakan 20 mL toluena dan 20 mL kloroform untuk selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C selama 4 jam.

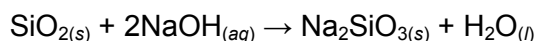
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Limbah kaca yang digunakan dalam penelitian ini merupakan limbah kaca bening dan tak berwarna yang berbentuk kaca lembaran. Limbah kaca terlebih dahulu dicuci dengan air bersih untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada permukaan kaca. Limbah kaca dihaluskan dan diayak dengan ukuran 80-100 mesh agar dihasilkan serbuk kaca dengan ukuran partikel kecil dan homogen yang berdampak pada meningkatnya luas permukaan. Luas permukaan yang semakin besar akan meningkatkan peluang terjadinya reaksi sehingga proses ekstraksi silika dapat berjalan maksimal.

Tahap awal pembuatan silika gel dari limbah kaca dilakukan dengan mengekstraksi silika melalui pembentukan senyawa natrium silikat dengan penambahan natrium hidroksida (NaOH) (Mori, 2003). Serbuk kaca direndam dengan larutan NaOH 3 M sambil diaduk dan disertai dengan pemanasan pada suhu 100°C untuk menghilangkan air. Proses ini menghasilkan campuran serbuk kaca dan NaOH yang belum bereaksi namun sudah tercampur secara merata. Campuran dipanaskan pada 400°C selama 3 jam agar serbuk kaca dapat meleleh

dan bereaksi dengan NaOH, sesuai dengan reaksi berikut:



Pemanasan serbuk kaca dan NaOH menghasilkan padatan natrium silikat yang masih bercampur dengan oksida logam dalam limbah kaca seperti natrium oksida (Na_2O), kalsium oksida (CaO), aluminium oksida (Al_2O_3), magnesium oksida (MgO) dan kalium oksida (K_2O) (Coleman *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2009). Dikarenakan natrium silikat merupakan senyawa yang berwarna putih dan mudah larut dalam air (Xu *et al.*, 2000), sehingga senyawa-senyawa oksida logam tersebut dapat dipisahkan dengan menambahkan H_2O yang akan melarutkan padatan natrium silikat sementara oksida logam tetap berbentuk padatan yang tak larut.

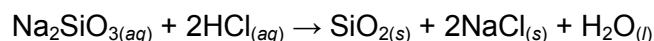
Pelarutan natrium silikat dalam air dilakukan dengan proses pemanasan dan pengadukan yang bertujuan untuk meningkatkan terjadinya tumbukan antar molekul di dalam larutan sehingga dapat mempercepat proses pelarutan. Campuran hasil pemanasan kemudian disaring dalam keadaan panas sehingga menghasilkan larutan natrium silikat sebagai filtrat dengan campuran oksida logam dan pengotor lainnya sebagai residu.

Pembuatan Silika Gel

Larutan natrium silikat yang telah dihasilkan dibuat menjadi silika gel melalui metode sol gel. Metode sol gel merupakan metode yang digunakan untuk mensintesis material oksida dari larutan prekursor yang dilakukan pada suhu rendah. Material oksida ini dapat terbentuk melalui pembentukan jembatan oksida akibat reaksi polimerisasi anorganik hingga membentuk suatu jaringan yang bersifat amorf atau kristalin (Schmidt, 1988). Pembuatan silika gel dengan metode sol gel secara umum dapat dibagi menjadi tiga tahapan yaitu preparasi gel, pematangan gel dan pengeringan gel (Dorcheh and Abbasi, 2008).

Preparasi gel dilakukan dengan menambahkan larutan asam klorida (HCl) ke dalam larutan natrium silikat. Penggunaan HCl lebih baik dibandingkan penggunaan asam sulfat (H_2SO_4), asam oksalat ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) atau asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) karena berhubungan dengan pembentukan garam natrium. Natrium sulfat, natrium oksalat dan natrium sitrat memiliki ukuran yang besar sehingga akan terperangkap dan menutup pori-pori silika gel (Yun *et al.*, 2003). Sementara itu, natrium klorida memiliki ukuran yang lebih kecil sehingga lebih mudah

dihilangkan dengan pencucian menggunakan H_2O (Liou and Yang, 2011).



Penambahan HCl pada larutan natrium silikat akan menghasilkan senyawa asam silikat (SiOH_4). Asam silikat kemudian secara cepat terpolimerisasi membentuk dimer, trimer hingga menjadi polimer melalui pembentukan ikatan siloksan (Si-O-Si) hingga akhirnya membentuk hidrogel. Pembentukan hidrogel mulai terjadi pada saat nilai pH berkisar antara 8-10 dan akan membentuk gel kaku pada pH 7. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang melaporkan bahwa hidrogel dapat terbentuk pada kisaran nilai pH 3-10 dan tidak dihasilkan bila nilai pH kurang dari 3 (Kalapathy *et al.*, 2002; Liou and Yang, 2011).

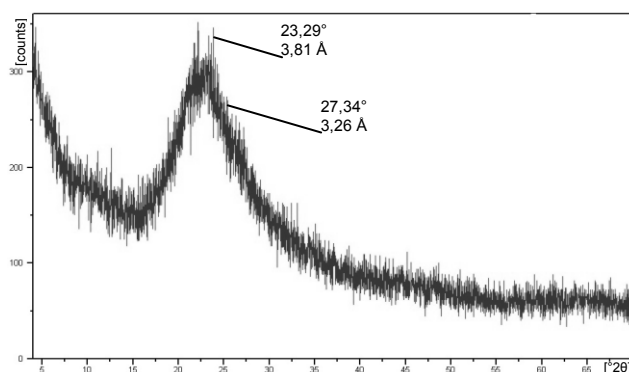
Hidrogel yang terbentuk selanjutnya didiamkan selama 18 jam pada suhu ruang untuk melalui tahap pematangan gel. Pada tahap pematangan, kekuatan dan kekakuan silika gel akan meningkat serta ukuran partikel dan pori menjadi semakin besar dan homogen (He *et al.*, 2009). Peningkatan kekuatan dan kekakuan sel terjadi akibat adanya proses sineresis yaitu proses pengerasan gel yang terjadi secara spontan tanpa proses penguapan (Scherer, 1989). Proses sineresis terjadi karena pembentukan dan pertumbuhan permukaan gel yang disertai dengan pelepasan molekul H_2O dari pori-pori silika gel (Scherer, 1989).

Hidrogel yang dihasilkan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C hingga terbentuk xerogel yaitu silika gel yang dihasilkan melalui penghilangan air dari pori melalui proses penguapan (Kalapathy *et al.*, 2000). Selama proses pengeringan, terjadi penyusutan ukuran silika gel karena kehilangan massa cairan dalam jumlah yang cukup besar. Proses ini dipengaruhi oleh ukuran pori dan distribusi ukuran pori (Rao *et al.*, 2005). Xerogel yang terbentuk kemudian dicuci dengan menggunakan H_2O untuk menghilangkan pengotor yang berupa garam-garam natrium yang masih menempel pada permukaan silika gel.

Proses pencucian silika gel dilakukan berulang-ulang hingga pH air cucian netral yang menandakan garam natrium telah terlarut seluruhnya ke dalam air. Silika gel yang telah netral dikeringkan pada suhu 80°C untuk menghilangkan molekul H_2O agar terbentuk kembali xerogel. Xerogel yang dihasilkan kemudian dihaluskan dan diayak dengan menggunakan ayakan berukuran 100 mesh agar dihasilkan xerogel yang berukuran homogen.

Karakterisasi Silika Gel Sintetik

Hasil analisis XRF menunjukkan bahwa komponen utama yang terkandung dalam silika gel sintetik adalah SiO_2 yaitu sebesar 74,98%. Hasil analisis juga menunjukkan bahwa kadar *loss of ignition* (LOI) pada silika gel sintetik cukup besar yaitu mencapai 21,24%. Kadar LOI menunjukkan adanya senyawa-senyawa berupa senyawa organik, senyawa gas maupun molekul H_2O yang berikatan dengan permukaan silika gel melalui ikatan hidrogen (Tabatabaei *et al.*, 2006). Hal ini menunjukkan bahwa permukaan silika gel sintetik terdiri dari gugus silanol (Si-OH) yang akan berperan selanjutnya dalam proses modifikasi.



Gambar 1. Difraktogram silika gel sintetik

Hasil analisis XRD (Gambar 1) menunjukkan bahwa silika gel sintetik yang dihasilkan bersifat amorf yang ditandai dengan pola difraksi yang melebar dengan dua puncak difraksi. Puncak difraksi pertama silika gel sintetik berada pada $2\theta=23,29^\circ$ dengan intensitas 100% dan nilai *d-spacing* sebesar 3,81 Å yang bersesuaian dengan puncak difraksi mineral *tridymite* yang memiliki sistem kristal ortorombik. Puncak difraksi kedua silika gel sintetik berada pada $2\theta=27,34^\circ$ dengan intensitas 54,26% dan nilai *d-spacing* sebesar 3,26 Å yang bersesuaian dengan puncak difraksi mineral *quartz* yang memiliki sistem kristal heksagonal.

Hasil analisis dengan spektrofotometer inframerah menunjukkan banyak kesamaan antara spektrum inframerah silika gel Merck dengan silika gel sintetik dari limbah kaca (Tabel 1). Kesamaan spektrum dilihat dari nilai bilangan gelombang yang menunjukkan energi yang diserap oleh gugus fungsi di dalam senyawa tersebut. Nilai bilangan gelombang ini khas untuk setiap gugus fungsi karena setiap gugus fungsi menyerap energi yang berbeda satu sama lain (Silverstein *et al.*, 2005). Berdasarkan analisis dengan XRD, XRF dan spektrofotometer inframerah maka diketahui bahwa silika gel telah berhasil disintesis dari limbah kaca.

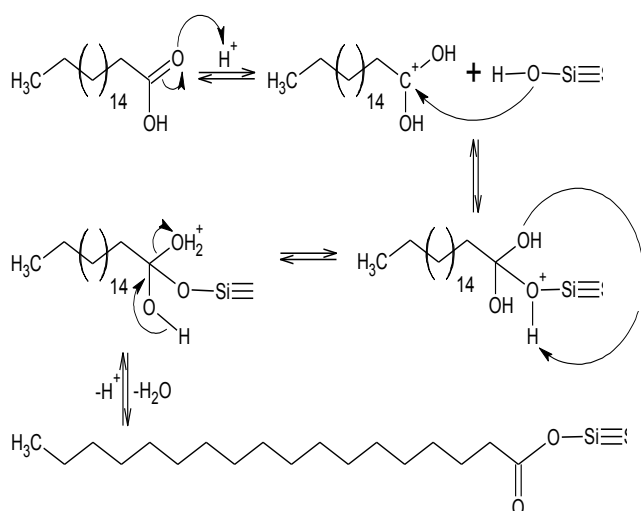
Tabel 1. Data Bilangan Gelombang Pita Serapan IR pada Silika Gel Merck dan Silika Gel Sintetik dari Limbah Kaca

Silika Gel Merck (cm^{-1})	Silika Gel Sintetik (cm^{-1})	Interpretasi
3448,72	3464,15	Vibrasi ulur -OH dari Si-OH (Silverstein <i>et al.</i> , 2005)
1635,64	1635,64	Vibrasi tekuk -OH dari Si-OH (Silverstein <i>et al.</i> , 2005)
1087,85	1095,57	Vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si (Stuart, 2004)
794,67	794,67	Vibrasi ulur simetri Si-O dari Si-O-Si (Wood and Rabinovich, 1989)
470,63	462,92	Vibrasi tekuk Si-O dari Si-O-Si (Wood and Rabinovich, 1989)

Modifikasi Silika Gel Sintetik dengan Asam Stearat

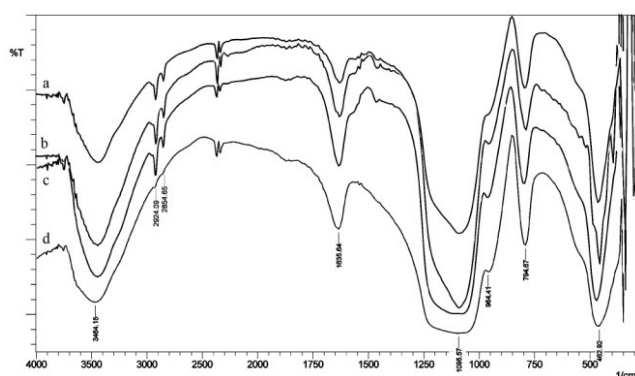
Modifikasi silika gel dengan asam stearat didasarkan pada reaksi esterifikasi yang merupakan reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol untuk menghasilkan ester. Reaksi esterifikasi umumnya berlangsung sangat lambat sehingga digunakan beberapa katalis untuk mempercepat reaksi esterifikasi, baik katalis homogen seperti asam sulfat atau asam klorida, maupun katalis heterogen seperti beberapa resin sulfonat (Liu *et al.*, 2006). Katalis berfungsi dalam proses protonasi karbonil pada gugus karboksilat yang menyebabkan serangan nukleofilik oleh alkohol (Loterio *et al.*, 2005).

Silika gel terlebih dahulu dipanaskan selama 24 jam pada suhu 105°C untuk memutuskan ikatan hidrogen antara gugus Si-OH pada silika gel dengan molekul H_2O maupun ikatan hidrogen antar sesama gugus Si-OH (dehidrasi). Suhu 105°C digunakan karena merupakan titik didih H_2O dan suhu yang lebih tinggi dikhawatirkan dapat menyebabkan terjadinya dehidrosilasi atau perubahan gugus Si-OH menjadi gugus siloksan (Si-O-Si) (Sunseri *et al.*, 2003). Penghilangan molekul H_2O dari permukaan silika gel dilakukan untuk mencegah terjadinya proses hidrolisis terhadap produk esterifikasi (Aafaqi *et al.*, 2004).



Gambar 2. Mekanisme reaksi esterifikasi silika gel dengan asam stearat

Mekanisme reaksi antara silika gel dan asam stearat diawali dengan pembentukan karbokation asam stearat yang berawal dari protonasi karbonil karena adanya ion H^+ dari katalis H_2SO_4 . Karbokation asam stearat ini kemudian akan bereaksi secara nukleofilik dengan atom oksigen pada gugus $Si-OH$ sehingga menghasilkan senyawa tetrahedral. Penyusunan ulang pada senyawa tetrahedral tersebut terjadi melalui pelepasan molekul H_2O sehingga akan menghasilkan senyawa ester (Gambar 2). Reaksi esterifikasi pada penelitian ini dilakukan dengan variasi suhu reaksi $60^\circ C$, $70^\circ C$ dan $80^\circ C$.



Gambar 3. Spektrum inframerah silika gel termodifikasi asam stearat pada suhu reaksi (a) $60^\circ C$, (b) $70^\circ C$, (c) $80^\circ C$ dan (d) silika gel tanpa modifikasi

Pada spektrum inframerah produk reaksi (Gambar 3 (a), (b) dan (c)) terlihat perubahan spektrum dengan adanya penambahan pita serapan inframerah pada bilangan gelombang $2924,09\text{ cm}^{-1}$ dan $2854,65\text{ cm}^{-1}$ yang muncul pada semua variasi suhu. Kedua pita serapan ini menunjukkan adanya vibrasi ulur dari C-H pada

gugus metilen, baik vibrasi ulur asimetri (2926 cm^{-1}) maupun vibrasi ulur simetri (2853 cm^{-1}) (Silverstein *et al.*, 2005). Selain itu, terjadi peningkatan intensitas gugus $-OH$ ($3700-3200\text{ cm}^{-1}$) pada suhu reaksi $70^\circ C$ dan $80^\circ C$ yang menunjukkan terjadinya degradasi asam stearat.

Pada suhu reaksi $60^\circ C$ terjadi penurunan pita serapan gugus $-OH$ pada bilangan gelombang $1635,64\text{ cm}^{-1}$ sehingga diduga reaksi esterifikasi silika gel dan asam stearat telah terjadi. Reaksi esterifikasi menyebabkan gugus $-OH$ pada silika gel bereaksi dengan asam stearat membentuk gugus ester sehingga terjadi pengurangan gugus $-OH$. Adapun tidak munculnya gugus $C=O$ dapat disebabkan oleh sedikitnya asam stearat yang terikat pada silika gel. Hal ini dikarenakan reaksi esterifikasi tidak hanya dipengaruhi oleh suhu reaksi, tetapi juga jenis dan konsentrasi katalis, perbandingan konsentrasi reaktan, serta waktu reaksi (Özgül-Yücel and Türkay, 2002).

SIMPULAN

Silika gel sintetik dari limbah kaca yang dibuat dengan metode sol gel memiliki kandungan SiO_2 sebesar 74,96% dan kadar *loss of ignition* (LOI) sebesar 21,24%. Silika gel sintetik bersifat amorf dan memiliki pita serapan spektrum inframerah pada bilangan gelombang $3464,15\text{ cm}^{-1}$, $1635,64\text{ cm}^{-1}$, $1095,57\text{ cm}^{-1}$, $964,41\text{ cm}^{-1}$, $794,67\text{ cm}^{-1}$ dan $462,92\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan pita serapan khas dari silika gel. Modifikasi silika gel sintetik dengan asam stearat (20:1 (b/b)) berlangsung dalam 50 mL pelarut toluena selama 3 jam dengan 0,05 mL asam sulfat pekat sebagai katalis. Suhu reaksi optimum terjadi pada suhu $60^\circ C$ yang ditandai dengan berkurangnya intensitas pita serapan $-OH$ pada bilangan gelombang $1635,64\text{ cm}^{-1}$ dan munculnya pita serapan baru $-CH$ pada bilangan gelombang $2924,09\text{ cm}^{-1}$ dan $2854,65\text{ cm}^{-1}$.

DAFTAR PUSTAKA

- Aafoqi, R.; Mohamed, A.R. and Bhatia, S., 2004, Kinetics of Esterification of Palmitic Acid with Isopropanol Using *p*-Toluene Sulfonic Acid and Zinc Ethanoate Supported over Silica Gel as Catalysts, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 79:1127-1134.
- Affandi, S.; Setyawan, H.; Winardi, S.; Purwanto, A. and Balgis, R., 2009, A Facile Method for Production of High-Purity Silica Xerogels from Bagasse Ash, *Advanced Powder Technology*, 20:468-472.
- Ali, E.E. and Al-Tersawy, S.H., 2012, Recycled Glass as a Partial Replacement for Fine Aggregate in Self Compacting Concrete,

- Construction and Building Materials*, 35:785-791.
- An, D.; Wang, Z.; Zhao, X.; Liu, Y.; Guo, Y. and Ren, S., 2010, A New Route to Synthesis of Surface Hydrophobic Silica with Long-Chain Alcohols in Water Phase, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 369:218-222.
- Arabani, M., 2011, Effect of Glass Cullet on the Improvement of the Dynamic Behaviour of Asphalt Concrete, *Construction and Building Materials*, 25:1181-1185.
- Belyakova, L.A. and Varvarin, A.M., 1999, Surface Properties of Silica Gels Modified with Hydrophobic Groups, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 154:285-294.
- Burns, D.T.; Tungkananurak, K. and Jadsadapattarakul, D., 2006, Semi-Micro Preparation and Characterization of Bonded Phase ODS-Silica Prepared from Rice Husk Silica, *Microchimica Acta*, 154:81-85.
- Coleman, N.J.; Li, Q. and Raza, A., 2013, Synthesis, Structure and Performance of Calcium Silicate Ion Exchangers from Recycled Container Glass, *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 50:5-16.
- Dorcheh, A.S. and Abbasi, M.H., 2008, Silica Aerogel; Synthesis, Properties and Characterization, *Journal of Materials Processing Technology*, 199:10-26.
- He, F.; Zhao, H.; Qu, X.; Zhang, C. and Qiu, W., 2009, Modified Aging Process for Silica Aerogel, *Journal of Materials Processing Technology*, 209:1621-1626.
- Hessien, M.M.; Rashad, M.M.; Zaky, R.R.; Abdel-Aal, E.A. and El-Barawy, K.A., 2009, Controlling the Synthesis Conditions for Silica Nanosphere from Semi-Burned Rice Straw, *Materials Science and Engineering B*, 162:14-21.
- Kalapathy, U.; Proctor, A. and Shultz, J., 2000, A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*, 73:257-262.
- Kalapathy, U.; Proctor, A. and Shultz, J., 2002, An Improve Method for Production of Silica from Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*, 85:285-289.
- Korkosz, A.; Ptaszynska, A.; Hanel, A.; Niewiadomski, M. and Hupka, J., 2012, Cullet as Filter Medium for Swimming Pool Water Treatment, *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 48:295-301.
- Liou, T. and Yang, C., 2011, Synthesis and Surface Characteristics of Nanosilica Produced from Alkali-Extracted Rice Husk Ash, *Materials Science and Engineering B*, 176:521-529.
- Liu, X.; Wang, A.; Zhang, T.; Su, D. and Mou, C., 2011, Au-Cu Alloy Nanoparticles Supported on Silica Gel as Catalyst for CO Oxidation: Effect of Au/Cu Ratios, *Catalysis Today*, 160:103-108.
- Liu, Y.; Lotero, E. and Goodwin, Jr., J.G., 2006, Effect of Water on Sulfuric Acid Catalyzed Esterification, *Journal of Molecular Catalyst A: Chemical*, 245:132-140.
- Lotero, E.; Liu, Y.; Lopez, D.E.; Suwannakarn, K.; Bruce, D.A. and Goodwin, Jr., J.G., 2005, Synthesis of Biodiesel via Acid Catalyst, *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 44:5353-5363.
- Ministry of Environment, 2008, Indonesian Domestic Solid Waste Statistic Year 2008, State Ministry of Environment The Republic of Indonesia, Jakarta.
- Mohammad, A. and Khatoon, S., 2009, Chromatographic Behavior of Cationic and Nonionic Surfactants on Silica Gel Impregnated with Paraffin Oil Using Aqueous Formamide Mobile Phase Systems, *Acta Chimica Slovenica*, 56:997-1002.
- Mori, H., 2003, Extraction of Silicon Dioxide from Waste Colored Glasses by Alkali Fusion Using Sodium Hydroxide, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 111:376-381.
- Najafi, M.; Yousefi, Y. and Rafati, A.A., 2012, Synthesis, Characterization and Adsorption Studies of Several Heavy Metal Ions on Amino-Functionalized Silica Nano Hollow Sphere and Silica Gel, *Separation and Purification Technology*, 85:193-205.
- Özgül-Yücel, S. and Türkay, S., 2002, Variables Affecting the Yields of Methyl Esters Derived from *in situ* Esterification of Rice Bran Oil, *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 79:611-614.
- Rao, A.P.; Pajonk, G.M. and Rao, A.V., 2005, Effect of Preparation Conditions on the Physical and Hydrophobic Properties of Two Step Processed Ambient Pressure Dried Silica Aerogels, *Journal of Materials Science*, 40:3481-3489.
- Safitri, M.N., 2012, Sintesis Silika Gel Fasa Terbalik untuk Kromatografi Kolom dari Limbah Kaca, Universitas Tanjungpura, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Pontianak (Skripsi).
- Scherer, G.W., 1989, Mechanics of Syneresis, I. Theory, *Journal of Crystalline Solids*, 108:18-27.

- Schmidt, H., 1988, Chemistry of Material Preparation by Sol-Gel Process, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 100:51-64.
- Silverstein, R.M.; Webster, F.X. and Kiemle, D.J., 2005, Spectrometric Identification of Organic Compounds, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Stuart, B., 2004, Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Sunseri, J.D.; Cooper, W.T. and Dorsey, J.G., 2003, Reducing Residual Silanol Interactions in Reversed-Phase Liquid Chromatography, Thermal Treatment of Silica Before Derivatization, *Journal of Chromatography A*, 1011:23-29.
- Tabatabaei, S.; Shukohfar, A.; Aghababazadeh, R. and Mirhabibi, A., 2006, Experimental Study of the Synthesis and Characterisation of Silica Nanoparticles via the Sol-Gel Method. *Journal of Physics: Conference Series*, 26:371-374.
- Tungkananurak, K.; Kertsiri, S.; Jadsadapattarakul, D. and Burns, D.T., 2007, Semi-Micro Preparation and Characterization of Mesoporous Silica Microspheres from Rice Husk Sodium Silicate Using a Non-Ionic Surfactant as a Template: Application in Normal Phase HPLC Columns, *Microchimica Acta*, 159:217-222.
- Wood, D.L. and Rabinovich, E.M., 1989, Study of Alkoxide Silica Gels by Infrared Spectroscopy, *Applied Spectroscopy*, 43:263-267.
- Xu, Y.; Luo, X. and Chung, D.D.L., 2000, Sodium Silicate Based Thermal Interface Material for High Thermal Contact Conductance, *Journal of Electronic Packaging*, 122:128-131.
- Yao, Y.; Zhang, W. and Liu, S., 2009, Feasibility Study on Power Ultrasound for Regeneration of Silica Gels-A Potential Dessicant Used in Air-Conditioning System, *Applied Energy*, 86:2394-2400.
- Yun, P.; Tian, Y.; Wang, Z.; Qu, R.; Liu, X.; Xu, Q. and Tang, Q., 2011, Synthesis of Functionalized Silica Gel with Poly(Diethylenetriamine Bis(Methylene Phosponic Acid)) and its Adsorption Properties of Transition Metal Ions, *Material Chemistry and Physics*, 129:168-175.
- Zhu, H.; Chen, W.; Zhou, W. and Byars, E.A., 2009, Expansion Behavior of Glass Aggregates in Different Testing for Alkali-Silica Reactivity, *Materials and Structures*, 42:485-494.